

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-019466

(43)Date of publication of application : 23.01.2001

(51)Int.Cl.

G03C 3/081
G03C 3/093
G03C 3/095
G11B 5/73

(21)Application number : 11-192127

(71)Applicant : HITACHI LTD

NIPPON ELECTRIC GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 06.07.1999

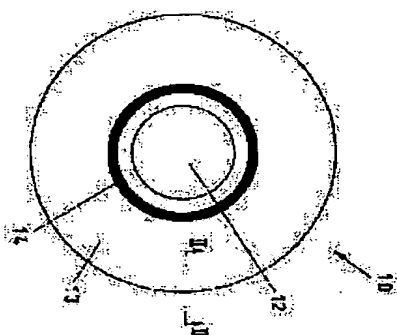
(72)Inventor :

YAMAMOTO HIROTAKA
NAMEKAWA TAKASHI
MATO TAKASHI
KATO AKIRA
TAKEO NORIYUKI
KOSOKABE HIROYUKI
KOBAYASHI MASAHIRO

(54)GLASS SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISK

(57)Abstract
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a glass substrate for a magnetic disk, which has high recording density and high reliability.

SOLUTION: This glass substrate has an information recording surface 13 for recording information on the substrate surface and substantially no chemically strengthened layer, wherein the surface roughness Ra (defined in JIS B 0801) of the information recording surface is 520 nm; water resistance of the glass, measured as described in JIS R 3502, is 50.2 mg (expressed in terms of amount of alkali-eluted matter); and the linear expansion coefficient of the glass at 30-380° C is 60 x 10⁻⁷ to 100 x 10⁻⁷/° C.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

rejection]
[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

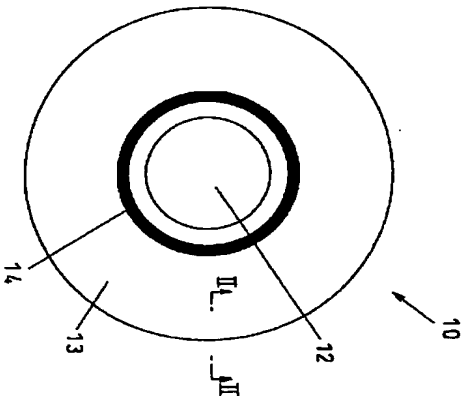
特開 2001-19466

(P2001-19466A)

(43) 公開日 平成13年1月23日 (2001.1.23)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	ナノイ ¹ (参考)
C 03 C	3/091	C 03 C	3/091 4C062
	3/093		5D006
	3/095		
G 11 B	5/73	G 11 B	5/73
審査請求 未請求 請求項の数 6		O L	(全 11 頁)
(21) 出願番号	特願平11-192127	(71) 出願人	000005108 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台四丁目5番地
(22) 出願日	平成11年7月6日 (1999. 7. 6)	(71) 出願人	000232243 日本電気硝子株式会社 滋賀県大津市清風2丁目7番1号
		(72) 発明者	山本 浩貴 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式 会社日立製作所日立研究所内
		(74) 代理人	100091096 弁理士 平木 祐輔

最終頁に続く



【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面に情報記録するための情報記録面が設けられる磁気ディスク用ガラス基板であって、実質的に化学強化層が存在せず、情報記録面の面積が R_a が、2.0nm以下、JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性が、アルカリ溶出量が0.2mg以下、30〜380℃におけるガラスの熱膨張係数が60〜100×10⁻⁷/℃であることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項2】 JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性が、アルカリ溶出量が、1mg以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項3】 重量百分率でSiO₂:50〜70%、Al₂O₃:5〜20%、B₂O₃:6〜20%、ZnO:0〜10%、ZrO₂:0〜5%、R₂O:7.5〜20% (Rはアルカリ金属元素を意味)、Ln₂O₃:0〜10% (LnはGd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, またはLuを意味) の組成を有することを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項4】 R₂O (Rはアルカリ金属元素を意味) が、Li₂O:2〜7%、Na₂O:4〜15%、K₂O:0〜15%からなり、かつLi₂O/Na₂Oの比が0.4〜0.6であることを特徴とする請求項3記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項5】 Ln₂O₃が1〜5%であることを特徴とする請求項3記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項6】 基板の端面及び/又は面取り面がエッチング処理されてなることを特徴とする請求項1〜5のいずれか1項記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【発明の詳細な説明】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気ディスク用ガラス基板に係わり、特に化学的耐水性が良好であり、かつ表面の微小傷損によるクラックの発生が少なく、さらに情報記録部の面積が小さい高信頼性、高密度記録に適した磁気ディスク用ガラス基板に関する。

【0002】

【従来の技術】 ノートブック型のパーソナルコンピュータ用の記録媒体として、現在、主に2.5"の磁気ディスク装置が搭載されている。この2.5"磁気ディスクの基板としては、従来から一般の磁気ディスク装置に使われているアルミニウム製磁気ディスクに代わり、厚く変形し難く、かつ、表面平滑度が優れたガラス製磁気ディスク基板が用いられている。現在実用化されているこのガラス基板には、ソーダライムを化学強化した化学強化ガラス基板と、結晶化ガラス基板がある。ところで、磁気ディスクの単位面積当りの記録容量を増加させるためには、記録部の磁気ヘッドの浮上量より低減させる必要があるため、現在もなお、より平滑

な記録面を持つ磁気ディスクの開発が進められている。

【0003】 特開平8-165138号公報には、フロート法成形による大型のガラス基板の製造に好適なガラス基板用のガラス組成物が記載されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 化学強化された非晶質のガラス基板では、研磨技術の進歩とともに磁気ディスクとして要求される平滑な記録面は比較的容易に作り出すことができる。しかし、化学強化ガラスの表面は、置換されたイオン半径の大きいアルカリイオンが化学的に不安定であるため耐腐食性に問題があり、長期間の使用の際、あるいは、高温多湿といった環境のもとでこのアルカリイオンが基板表面に移動、析出し、磁性膜の磁気特性の劣化、膜の剥がれや結着などの不良を生ずることがある。この場合、磁気ディスクとしての機能を失うことは勿論、すでに記録されている重要なデータが失われるといった致命的な損失を与えることになる。

【0005】 一方の結晶化ガラス基板は、非晶質なガラスの中にそれとは異なる結晶質の微粒子が無数に生成しているため、ガラスと結晶の硬度差により研磨速度が異なり、磁気ディスクに求められている更なる高硬度化に対応できる十分な平滑性を持った記録面を作ることができない。

【0006】 また、特開平8-165138号公報に記載された基板用ガラス組成物は、フロート法で成形できるPDP (プラズマ・ディスプレイ・パネル) 用ガラス基板のものであり、化学的耐水性を増加させるために希土類元素のLaの酸化物を含有させているが、着色剤としてNdの酸化物を含有させたことができるが、これらのいわゆる希土類を含有させた場合、機械的強度の著しい向上は望めない。従って、これを磁気ディスク用ガラス基板として用いようとする場合には、化学的強化が必須となる。また、その際の化学的安定性は良好とは言えない。本発明の目的は、高記録密度、高信頼性の磁気ディスク用ガラス基板を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 高記録密度、高信頼性の磁気ディスクを提供するためには、そこに使われるガラス基板として、化学強化ガラスや結晶化ガラスの欠点を改善した優れた耐水性と高い面平滑性を両立しなければならぬ。さらに磁気ディスク装置においては、磁気ディスクは、モータの金属製スピンドルに金属やセラミック製のチャックで固定されるため、磁気ディスク用ガラス基板の熱膨張係数はそれらと整合することが求められる。

【0008】 そこで本発明の磁気ディスク用ガラス基板は、表面に情報記録するための情報記録面が設けられる磁気ディスク用ガラス基板であって、実質的に化学強化層が存在せず、情報記録面の面積が R_a が2.0nm以下、JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性

3
が、アルカリ溶出量で0. 2mg以下、30～380℃
におけるガラスの熱膨張係数が60～100×10⁻⁷
/℃であることを特徴とする。本発明の磁気ダイスク
用ガラス基板において、記載面の密度R_aは、2. 0
nm以下に制限される。これは、配向度を上げるため
には磁気ヘッドの浮上量を低減してガラスの記載面によ
り近付ける必要があるが、記載面の面積R_aが2. 0
nmを超える不十分な平滑度では、低浮上化が期待でき
ないためである。

10
【0009】JIS-R3502で測定されるアルカリ
溶出量は、0. 2mg以下に制限される。これは、ガラ
スの耐水性が磁気ダイスクの耐水性と密接に関係してお
り、ガラスの耐水性が低くなる（＝アルカリ溶出量が多
くなる）と磁気ダイスクの耐水性も低下するためであ
る。具体的にはJIS-R3502で測定されるアルカリ
溶出量が0. 2mgを超えると、十分な耐水性を有す
る磁気ダイスクが得られない、より安定した磁気ダイス
ク用ガラスとしては、0. 1mg以下であることが好ま
しい。

20
【0010】ガラスの熱膨張係数は、30～380℃
において、60～100×10⁻⁷/℃、より好ましくは
70～90×10⁻⁷/℃に限定される。磁気ダイスク用
ガラス基板の熱膨張係数が上記範囲から外れると、スピ
ンデルやチヤックのそれと大きく異なるため、ダイスク
回転やヘッドの移動、気流の変化などによる繰り返しの
温度変化によってスピンデルとの固定がずれ、記録の読
み、きがでなくなる。

30
【0011】本発明の基板は、表面部に実質的に化学油
化層が形成されていないことを特徴とする。化学油化層
が形成されていると、耐水性が低下してしまう。また微
小傷痕によるクラックの発生が増加するという問題も
生じる。また本発明の基板は、加工による微小傷を取り
除くために、その内外面の端面や面取り面が、弗酸、弗
磷酸、弗硫酸、パーフルオロ弗酸等でエッチング処理さ
れていることが好ましい。この処理がなされると、化学
強化しなくても、化学強化ガラス基板と同等以上の曲げ
強度を得ることができる。特にガラス成分として希土類
酸化物を含有したガラスに対してエッチングを行うと、
非常に高い強度を得ることができる。

40
【0012】上記特性を満足し得る磁気ダイスク用基板
は、例えば重量百分率でSiO₂: 50～70%、Al₂O₃:
O₂: 5～20%、B₂O₃: 6～20%、ZnO: 0～
10%、2rO₂: 0～5%、R₂O: 7. 5～20%
(Rはアルカリ金属元素を表す)、Ln₂O₃: 0～10
% (LnはGd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Y
b,又はLuを表す)の組成を有するガラスから作製す
ることができ、この組成を有するガラス基板は、上記
特性に加え、ヒツカーズ強度、曲げ強度等の機械的強度
が高く、ソーダライムガラスのように表面部に化学強化
層を形成する必要がない、以下に、ガラスの組成範囲を

限定した理由を述べる。

10
【0013】SiO₂はガラスのマトリックスを作る必
須の成分である。SiO₂が65%を超えると熱膨張係
数が小さくなる傾向が強くなり、70%を超えると粘度
が非常に高くなって溶解が難しく、調理、気泡の多いガ
ラスとなる。一方、55%より小さくなると磁気ダイス
ク用ガラス基板として実用上求められる強度が得にく
なる傾向があり、50%未満ではアルカリ成分など水に
対する溶解度化の溶出量が増え、耐水性が大きく後退
する。さらにヒツカーズ強度や曲げ強度が著しく低下す
る。

20
【0014】Al₂O₃はガラスの耐久性を向上させ、ま
たガラスの失速を抑えるのに有効な成分である。上記効
果を得るためにはAl₂O₃を5%以上含有させる必要が
あり、また8%以上含有させるとガラスのクラック発生
の抑制に有効である。一方、Al₂O₃が17%を超えると
とSiO₂の場合と同様、熱膨張係数が小さくなる傾向
にあり、20%を超えるとガラスの粘度が高くなり溶解
が困難になる。

30
【0015】B₂O₃はガラスの粘度を小さくして溶解を
促進する。また適量の添加は耐水性の向上に効果があ
る。上記効果を得るためにはB₂O₃を6%以上含有させ
る必要がある。しかし15%を超えて含有させるとガラ
スの熱膨張係数が小さくなりやすく、また耐水性試験に
おいてホリヤの溶出量が逆に多くなるため、化学的に不
安定になりやすい。20%を超えるとさらに耐水性が後
退するとともに溶融時の蒸発が多くなり、均質性の高い
ガラスが得られなくなる。

40
【0016】ZnOを添加すると、ガラスの溶解を促進
するとともに、ガラスの耐久性を向上させる効果があ
る。特に0. 5%以上含有させるとその効果がより顕著
になって好ましい。しかし6%を超えて含有させるとガ
ラスの比重が大きくなり、磁気ダイスクを回転させるた
めに必要なモーター駆動力を大きくする必要が生じ、1
0%を超えるとガラスの失速性が増し、均質性の高いガ
ラスが得られなくなる。

50
【0017】2rO₂を添加すると、ガラスの耐久性を
向上させる効果がある。特に0. 5～4%の範囲で含有
させるとその効果がより顕著になって好ましい。しかし
5%を超えて含有させるとガラス溶解が困難になると
もに、ガラスの失速性が増大する。R₂Oで表されるL
i₂O、Na₂O、K₂O等のアルカリ金属酸化物は、ガ
ラスの熱膨張係数を60～100×10⁻⁷/℃に限定
するのに必須の成分であり、また融剤としての作用も大
きい。上記効果を得るためにはR₂Oが7. 5%以上必
要であり、特に11～18%の範囲で含有させると熱膨
張係数が磁気ダイスク用ガラス基板として適正な値とな
り易い。しかし、20%を超えると熱膨張係数が大き
すぎるとともに、ガラスからの溶出量が大幅に増えるた
め、信頼性の高い磁気ダイスクを得ることができなくな

5
る。

10
【0018】またR₂Oを個別にみたとき、各成分の好
ましい範囲は、Li₂Oが2～7%、Na₂Oが4～15
%、K₂Oが0～15%である。特にLi₂Oは、熱膨張
係数を上げる効果が著しく、これを必須成分として使
用することにより、結果的にアルカリ金属酸化物の含量
を減らすことができるため、高い耐水性と70×10⁻⁷
/℃以上の比較的高い熱膨張係数の両立が容易に可能と
なる。なおLi₂Oが2%未満では上記効果が得にく
く、7%を超えるとLi₂Oの溶出量が多くなり、耐水
性が低下しやすくなる。またNa₂Oが4%未満では高
い熱膨張係数を得ることが難しく、15%を超えると逆
に熱膨張係数が高くなりすぎるとともに、ガラスからの
溶出量が多くなりやすい。K₂Oが15%を超えるとガ
ラス溶融時に蒸発が多くなって均質なガラスが得にく
くなる。またLi₂O、Na₂Oが重量比で0. 4～0. 6の範囲に
あると、非常に高い耐水性が得られる。この値が0. 4
未満であるとNa₂Oの溶出量が多くなり易く、0. 6
を超えるとLi₂Oの溶出量が多くなり易い。

20
【0019】Ln₂O₃で表されるGd₂O₃、Er₂O₃等
のランタノイド酸化物は、ガラスの強度を高める効果が*

6
*あるので添加することが好ましいが、5%を超えるとガ
ラス中に内部応力が発生してクラック発生率が高くな
り、10%を超えると密度が高くなったり、ガラスの失
速性が増加し、安定したガラスの溶融ができなくなる。
またLn₂O₃を含有した基板をエッチング処理すること
によって、非常に高いガラス強度を得ることが可能に
なる。この場合、Ln₂O₃の含有量が1～5重量%の範
囲にあると効果的である。その他にも、例えばBa²⁺
²⁺、Sb³⁺、F⁻、Cl⁻、等の清浄剤を1%まで、ま
た特性の微調整や、耐水性の改善のためにTiO₂、
R⁺O (R⁺=Ca, Mg, Baなどのアルカリ土類金
属) 等を多少程度まで加えることができる。

【0020】

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施の形態につい
て説明する。表1～4は、本発明の実施例（材料No.
1～20）を示している。なお比較のために、未強化の
ソーダライムガラス基板、従来から磁気ダイスク用ガラ
ス基板として使用されているソーダライムガラス基板を
化学強化したガラス基板、及び結晶化ガラス製ガラス基
板を表5に示す。

【表1】

材料No.	1	2	3	4	5
	SiO ₂ 67. 4 Al ₂ O ₃ 6. 2 B ₂ O ₃ 12. 9 ZnO 0. 9 Li ₂ O 10. 3 Na ₂ O 1. 0 K ₂ O — CaO 2. 2 Sb ₂ O ₃ 0. 1	69. 8 7. 5 10. 4 2. 1 3. 7 6. 1 — — — 0. 3	61. 7 7. 7 9. 5 10. 2 1. 9 3. 8 6. 0 — — 0. 3	66. 7 7. 9 10. 2 1. 9 3. 7 6. 5 2. 8 — — 0. 3	63. 4 8. 5 10. 2 2. 1 3. 7 6. 6 — — — 0. 3
面取りR _a [nm]	1. 000	0. 899	0. 814	0. 921	1. 054
アルカリ溶出量 JIS-R3502 [mg]	0. 17	0. 11	0. 13	0. 04	0. 05
熱膨張係数 [10 ⁻⁷ /℃]	66. 0	67. 5	66. 9	66. 8	61. 0
ヒツカーズ強度 [MPa]	680	685	745	710	701
クラック発生率 [%]	80	70	70	65	40
曲げ強度 [MPa]	165	203	210	201	198
糸状度 [μm]	480	510	632	658	603
ダイスク用溶出量 [mg/l]	0. 62	0. 63	0. 56	0. 29	0. 19
強度範囲試験	○	○	○	◎	
円板強度 [MPa]	4. 5	5. 2	6. 6	6. 2	6. 0
糸状度 エッチング処理後	10. 2	17. 2	18. 9	18. 5	12. 4

【表2】

【表2】

11

12

材料No.	16	17	18	19	20
ガラス組成(質量%)	SiO ₂ 60.3 Al ₂ O ₃ 14.4 B ₂ O ₃ 8.3 ZnO 2.0 Li ₂ O 4.2 Na ₂ O 5.5 K ₂ O 2.0 CaO 0.3 Li ₂ O 0.3	69.3 14.4 8.1 2.0 1.0 4.2 5.6 2.0 0.3	68.1 14.1 8.1 2.0 1.0 3.1 6.4 4.9 0.3	68.1 14.1 8.1 2.0 1.0 2.7 6.8 4.9 0.3	68.1 14.1 8.1 2.0 1.0 2.7 6.8 4.9 0.3
重量%	100	100	100	100	100
Li ₂ O/Na ₂ O	0.764	0.764	0.484	0.397	0.418
面粗さRa [nm]	0.610	0.610	0.750	0.802	0.812
アルカリ溶出量 JIS-A1302 [mg]	0.13	0.13	0.06	0.11	0.09
熱膨張係数 [10 ⁻⁶ /°C]	82.3	81.0	82.0	80.6	80.8
ピッカース硬度	700	703	715	712	718
クラック発生率(%)	20	30	10	20	10
角材強度 [MPa]	190	201	195	197	201
未処理 エッチング処理後	750	636	712	724	731
ガラス溶出量 [mg/l]	0.51	0.50	0.38	0.64	0.38
表面粗さ試験	○	○	◎	○	◎
円筒強度 [MPa]	6.0	6.6	6.2	6.8	6.6
未処理 エッチング処理後	16.6	15.8	18.2	17.0	17.4

[0025]

(表5)

材料	ソーダライムガラス 未強化	結晶化 ガラス
ガラス組成(質量%)	SiO ₂ 75.6 Al ₂ O ₃ 1.0 CaO 7.6 MgO 3.0 Li ₂ O 12.0 Na ₂ O 1.0 K ₂ O 1.0	75.6 8.9 8.9 0.5 11.6 3.2
面粗さRa [nm]	0.714	0.765
アルカリ溶出量 JIS-A1302 [mg]	0.48	測定せず
熱膨張係数 [10 ⁻⁶ /°C]	85.6	86.2
ピッカース硬度	620	711
クラック発生率(%)	100	100
角材強度 [MPa]	148	606
ガラス溶出量 [mg/l]	0.98	1.05
表面粗さ試験	×	×
円筒強度 [MPa]	4.8	17.9

[0026] 材料No. 1~20のガラス基板は以下のようにして調製した。まず、目的のガラス組成になるように定められた量の原料粉末を秤量して混合し、白金製の坩堝に入れて、電気炉中で1600℃で溶解し、白金製の坩堝に十分に溶解した後、掻拌羽をガラス酸液に挿入し、約4時間攪拌した。その後、掻拌羽を取り出し、30分間静置した後、浴液に酸液を流し込むことによってガラスプロセスを得た。その後、各ガラスのガラス転移点付近までガラスプロセスを再加熱し、徐冷して強み取りを行った。

[0027] 次に、得られたガラスプロセスを約1.5mmの厚さの円筒形状にスライスし、内周、外周を同心円としてコパドルを用いて切り出した。さらに、内周を外周をダイヤモールド法を用いて面取り加工した。その後、両面を粗研削し、次いでガリツツングを用いて、最終の寸法は、2.5"のガラス、すなわち外径65mm、内径50mm、厚さ0.635mmとした(以下、これを2.5"ガラスと呼ぶ)。

[0028] 図1は、本発明による磁気ガラス基板の平面図を示す。この磁気ガラス用ガラス基板10は、内周チャック部12、非情報記録部13、非情報記録部14を備える。ここで、非情報記録部14とは、内周チャック用のスベース、場合によっては浮上している磁気へ

13

(8)

14

ッドが停止時に増進するためのC/S S (Contact Start Stop) ノーズであり、テラスチャが形成されている。従って、情報記録部13は、非情報記録部14となる。それ以外の領域13は、実際にこの面上に磁気膜が形成されて磁気記録が行われるため、情報記録部となる。

[0029] 図2は、本発明による磁気ガラス用ガラス基板の外周端面の断面模式図である。図2に示すように、このガラス基板10は外周チャック部15を有する。この図のように、チャック部15は45°に面取りされて使用されている。図示しないが、ガラス基板10の内周端面も同様に45°に面取りされた内周チャック部15を有する。

[0030] 図3は、比較例の化学強化ガラスの断面模式図である。化学強化ガラス20は表面に化学強化層21を有する。化学強化層21では、ガラス中のNaイオンのようなイオン半径の大きいイオンをKイオンのようなイオン半径の大きいイオンで置換することによって表面に圧縮応力を与え、強化している。また、置換されたKイオンは表面部ほど高濃度であるため、図にドット密度で表示したように表面部はKイオン濃度が高く、ガラス内部になるほどKイオン濃度が減少している。

[0031] 図4は、比較例の結晶化ガラスの断面模式図である。結晶化ガラス30の内側には、平均粒径0.05~0.10μmの微結晶粒子31が分散されている。この微結晶粒子31の存在により、クラックの成長を抑制し、その結果機械的強度を高めている。各材料について、磁気ガラス用ガラス基板の記録面の面粗さRa、面水性、熱膨張係数、ガラス基板表面のピッカース硬度、微凸度によるクラック発生率、ガラス母材の三点曲げ強度を以下の方法で評価した。面粗さRaは、触針式面粗さ計を用いて評価した。

[0032] ガラス母材の耐水性は、JIS-R3502に基く方法でアルカリ溶出量を測定した。JIS-R3502によるアルカリ溶出試験法について説明すると、まず以下の手順に従って試験の試験を行う。供試ガラスを良く洗浄し、乾燥した後、メノウ又は鋼性乳鉢で注意しながら粉砕する。次に、標準メノウ420μmを通し、標準メノウ250μmにとどまる大きさの粉末を5グラム取り、エチルアルコール(99.5容量%)で良く洗った後、乾燥させた後、約12.5℃の空気浴中で30分間乾燥し、デシケータ中で保存する。このように調整された材料から、供試ガラスの比重と同じグラム数を正確に量り取る。また、丸底ガラスコップに予め40ccの蒸留水を入れ、10分間以上蒸留水中に保持した供試ガラスをコップに投入し、さらに10ccの蒸留水で器壁の内面に付着した試験液を洗い落とし、よく振り動かし、供試材料の上部が一般の平面を保つように安定させる。次に、希硫酸を取り付け、沸騰水中で60分間加熱する。次に、ガラスコップを水中から取り出し、直ちに流水で冷却し、内容物を吸気ガラス型14に移す。

し、メチルレッド指示薬3滴を加え、N/100硫酸で滴定する。また、同様な方法で試験を行い、結果を比較する。また、得られた結果は、原則として空気乾燥結果を差引いたN/100硫酸の消費cc数を0.31を乗じ、Na₂O mg数に換算して示す。

[0033] 熱膨張係数は、外径3.5mm×長さ50mmの円柱状の材料を製作し、ダイヤトメータで30~38℃間の平均熱膨張係数を測定した。またピッカース硬度は、鏡面研削したガラスの表面にダイヤモールド圧子を100g~15秒間の条件で印加して凹みを作り、その凹みの大きさから測定した。なお、ガラスのピッカース硬度が小さいと、磁気ヘッドがガラスに衝突したときに、磁気膜がガラスごと凹んでしまうことがある。このことは、膜の破壊、データの読み書き障害につながるため、ピッカース硬度は高いほうが好ましい。微小衝撃によるクラック発生率は、上記ピッカース硬度試験を500g~15秒間の条件で行い、圧痕の頂点からクラックが発生した圧痕の割合で評価した。本発明では、圧痕を10点打ち込み、クラックする圧痕の割合を算出した。また、クラックは顕微鏡に増加していくことで、圧痕を打ち込んだ1日後にクラック発生率を測定した。三点曲げ強度は、各基板から長さ0.635×4×40mmの短冊状の試験片を切り出し、端面を#1000で面取りした後、評価した。またエッチングによるガラス基板の曲げ強度の向上を評価するために、基板から切り出した試験片の各端面を沸騰液中で約30分間エッチングして厚さ0.635×4×40mmの短冊状材料を製作した後、三点曲げ強度を測定した。なおクロロヘキシメー1は0.5mm/分とした。

[0034] その結果、本発明の実例であるNo. 1~20の材料や、未強化のソーダライムガラス製基板、化学強化したソーダライムガラス製基板は、記録面の粗さRaが2nm以下と平滑度が高かったが、結晶化ガラス製基板のRaは3.2nmと平滑度が不十分であった。耐水性については、本発明の各材料はアルカリ溶出量が0.2mg以下と非常に少なかった。これに対して、未強化のソーダライムガラスは0.48mgと多かった。なお、この方法では、化学強化されたソーダライムガラスや結晶化ガラスの耐水性は評価できないので、2.5"ガラスそのものを用いた、ダイヤス耐水性試験をわざわざ行った。

[0035] ダイス耐水性試験は、各ガラス基板を70℃の純水80ml中に2.4時間浸漬し、この純水中にガラスから溶出した成分量を水中の濃度で評価した。その結果、本発明の各材料の溶出量は0.6mg/l以下であったのに対し、未強化のソーダライムガラスはNaやCaが多く溶出し0.98mg/lであった。さらに、化学強化したソーダライムガラスからは、KやCaが1.0mg/lを超える溶出量があった。このように、JIS-R3502で0.2mg以下を示す本発明

のガラス基板のダイオキス耐水性試験での溶出量は、ソーダライムガラスのそれより3割以上少なく、また、ソーダライムガラスを化学強化すると、未強化のガラスよりダイオキス耐水性が低下することが確かめられた。また、結晶化ガラスのダイオキスもLiイオンの溶出が多く、1.52mg/Lのアルカリ溶出量となった。

【0036】次に、JIS-R3502で評価される耐水性と磁気ダイオキス用ガラス基板の耐水性との関係を探るため、これらガラス基板の恒温恒湿試験を行った。

試験条件は、60℃、90%RH、48時間とした。結果には、ガラス表面上、明らかな析出物が確認されるものを“×”、目視ではほとんど変化していないものを“○”、顕微鏡下における観察でも全く変化していないものを“◎”で表した。この結果、ソーダライムガラスは、化学強化、未強化ともに針状の結晶が析出し、特に化学強化基板の析出量が多く“×”となった。この成分を分析したところCa、Na、K等、耐水性試験で溶出するガラス成分が主であり、ダイオキス溶出試験で溶出した成分と一致した。本発明の磁気ダイオキス用ガラス基板の表面は、ほとんど変化がなく、“○”や“◎”であった。さらに詳細にみてみると、試料No.4〜7、9、10、18、及び20では、JIS-R3502で測定されるアルカリ溶出量が0.1mg以下となり、このことを恒温恒湿試験において◎であった。一方、試料No.1〜3、8、11〜17、及び19ではアルカリ溶出量が0.1mg超0.2mg以下となり、このとき恒温恒湿試験では○であった。

【0037】このことから、磁気ダイオキスとしての耐水性は、JIS-R3502によるアルカリ溶出量と密接な関係があり、高い耐水性を得るためには、JIS-R3502により規定されるアルカリ溶出量の値が0.2mg以下、より好ましくは0.1mg以下であることが必要と判断される。さらにこの関係をアルカリ成分比に着目して検討した。ガラスの溶出元素を調べてみると、Li₂O量が比較的多いガラスではLiが、またNa₂Oが比較的多いガラスではNaが顕著に溶出していることが分かった。そこで各ガラスのLi₂O/Na₂O質量比を見てみると、アルカリ溶出量が0.1mg以下であり、恒温恒湿試験が◎である試料No.4〜7、9、10、18、及び20では、この比が0.4〜0.6の範囲にあった。一方、アルカリ溶出量が0.1〜0.2mgの範囲にあり、恒温恒湿試験が○である試料No.1〜3、8、11〜17、及び19では、Li₂O/Na₂O比が0.4未満又は0.6を超える値となっていた。なおLi₂O/Na₂O比が0.4未満の場合はNaが溶出し、また0.6を超えるものはLiが溶出がそれぞれ顕著であった。

【0038】以上のことから、Li₂O/Na₂O比が0.4〜0.6であれば、アルカリ溶出量が少なく、非常に高い化学的耐久性が得られることが分かった。 50

膨張係数は、各試料ともスピンデルとのチヤンジ性に問題が生じない60〜100×10⁻⁷/℃の範囲にあった。ビッカース硬度は、未強化のソーダライムガラスは620、化学強化のソーダライムガラスは711、結晶化ガラスは742であった。これに對して、本発明の各試料では700前後あり、化学強化したソーダライムガラス並の高い値を示した。

【0039】微小衝撃によるクラック発生率を見ると、ソーダライムガラスでは未強化品、強化品とも全数の圧痕頂点からクラックが発生していた。強化品ではクラックの長さは短くなっていたものの、圧痕頂点以外から無数の短いクラックが発生しており、圧痕が打ち込まれた領域でガラスが細かく破断していた。結晶化ガラス基板の場合も同様で、全ての圧痕頂点からクラックが発生した。一方、本発明のガラス基板では、クラック発生率が10〜80%であり、特にA1₂O₃含有量が8%以上の場合ではクラック発生率が50%以下となっており、非常に優れた耐クラック性を有することが分かった。クラック発生率の高いガラスを用いて、磁気ダイオキスを作成した場合、何らかの理由によりヘッドがダイオキス表面に衝突した際、表面の微小部分でチップングが生じる可能性がある。ヘッド衝撃試験により、500g〜15秒間のビッカース圧子印加条件下でチップング発生率が50%以下であれば、このようなチップングを起こすことが少ないことが分かった。このことから、クラック発生率は50%以下であることが望ましい。

【0040】本発明の各試料の三点曲げ強度は、エッチング処理をしていない試料が165〜214MPaであり、化学強化ガラスや結晶化ガラスには及ばないものの、未強化のソーダライムガラスより30%程度高い値を示した。磁気ダイオキス用として現在大量に使用されているアルミニウム基板の降伏点が約100MPaであることから、本発明の磁気ダイオキス用ガラス基板の曲げ強度は、十分に高いと考えられる。またエッチング処理を施した各試料は、曲げ強度が415MPa以上であり、化学強化ガラスと同等以上の値を示した。それゆえ、ガラス基板の内外周の端面や面取り面をエッチング処理することにより、化学強化ガラス基板並の耐衝撃性を有しつつ、その欠点である配線面のアルカリ溶出や微小傷によるクラックの発生を大幅に改善することが可能である。

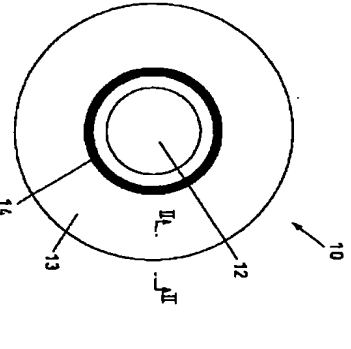
【0041】またGa₂O₃、E₂O₃等の希土類酸化物を含有した試料No.3、4、7、8、11、及び14〜20のガラスでは、エッチング処理することにより632MPa以上という非常に高い三点曲げ強度が得られた。これは化学強化したソーダライムガラスの三点曲げ強度(506MPa)よりも高い値であった。次に、2.5°のダイオキス基板形状での強度を以下の方法により評価した。2.5°基板の内周部の上部に、外径2.2mmφの円環を載せ、また内径6.3mmφ、外径6.5mmφ

の円環の基板の下部に設置した後、円環に荷重をかけて十分に平滑な配線面を持ち、耐水性が高く、60〜100×10⁻⁷/℃の熱膨張係数を持つ。また機械的強度が高くなり、高記録密度、高信頼性が要求される磁気ダイオキスの基板材料として最適である。

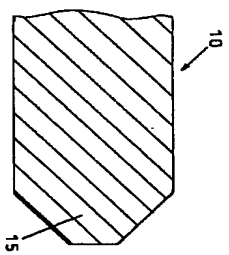
【0042】本発明例において、エッチングしていない基板では円環強度は4.5〜6.6kgfであったが、エッチングした基板については10kgf以上になっていることが分かった。さらに希土類を含有した基板では、強度上昇の度合いが大きく、15kgf以上の荷重が得られた。以上のことから、基板をエッチングすることにより、高い機械的強度が得られた。また希土類を有させることにより、さらに良好な強度特性が得られることが分かった。

【0043】
【発明の効果】本発明の磁気ダイオキス用ガラス基板は、

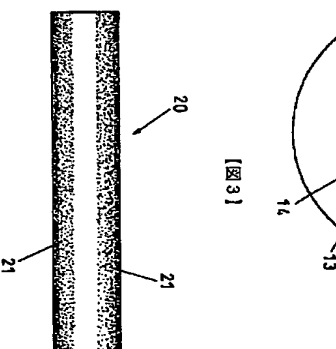
【図1】



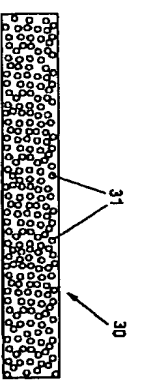
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 清川 孝

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 内藤 孝

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72) 発明者	加藤 章	Fターム(参考)	4G062 AA18 BB01 BB05 DA06 DB03
	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージシステム事業部内		DB04 DC03 DC04 DD01 DE01
(72) 発明者	武蔵 典幸		DE02 DE03 DF01 EA03 EB03
	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージシステム事業部内		EB04 EC01 EC02 EC03 EC04
(72) 発明者	番曾我部 裕幸		ED01 EE01 EF01 EG01 FA01
	滋賀県大津市晴風2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内		FA10 FB01 FC01 FC02 FC03
(72) 発明者	小林 正宏		FD01 FE01 FF01 FG01 FH01
	滋賀県大津市晴風2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内		FJ01 FK01 FL01 GA01 GA10
			GB01 GC01 GD01 GE01 HH01
			HH03 HH05 HH07 HH09 HH11
			HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01
			JJ03 JJ05 JJ07 JJ10 KK01
			KK03 KK04 KK05 KK06 KK07
			KK08 KK10 MM27 NN30 NN33
			NN34
			SD006 CB04 CB07 DA03 FA02